

VALIDASI METODE PENGUJIAN VISKOSITAS MU01/VIS/2011 DI LABORATORIUM TERPADU DENGAN MENGGUNAKAN VISKOMETER BROOKFIELD

Agung Nugroho

Laboratorium Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
Jl. Marsda Adisucipto Yogyakarta 55281 Telp. +62-274-519739
Email: mas_david_ngabdul@yahoo.co.id

Abstract

Integrated Laboratory UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta is a testing laboratory accredited by the National Accreditation Committee (KAN) with number LP-635 IDN. One parameter is the viscosity testing. Integrated Laboratory UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta implementing viscosity test method MU01 / VIS / 2011. This test method validation necessary in order to have the valid test results. Validation is conducted every year to obtain a quality assurance test results. Validation carried out because the test method developed by the laboratory. Validation is done by measuring the level of precision and accuracy using standard materials. Measurement of standard materials does as much as 12 times the measurement. From the measurement results obtained at the price of precision is under 0.05% and accuracy between 99 % -100 %. In the test method validation can be concluded that the test method MU01 / VIS / 2011 fit for use as a test method. Validation testing methods viscometer above, still meet the requirements at a price of precision and accuracy.

Keywords: validation of testing methods, viscosity, standard materials, precision, accuracy

PENDAHULUAN

Laboratorium pengujian yang mengadopsi peraturan SNI ISO/IEC 17025 : 2008 data hasil pengujian dikatakan absah apabila mempunyai presisi dan akurasi yang baik. Laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta, merupakan laboratorium pengujian yang terakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN). Tujuan yang harus dicapai oleh Laboratorium Laboratorium Terpadu UIN Sunan Klaijaga Yogyakarta adalah dihasilkannya data hasil uji yang absah (valid). Validasi adalah konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti yang obyektif bahwa persyaratan tertentu untuk maksud khusus dipenuhi. Laboratorium harus memvalidasi metode tidak baku, metode yang dikembangkan, metode baku yang digunakan di luar lingkup yang dimaksudkan. (Anonim, 2008)

Hasil uji yang absah adalah hasil uji dengan akurasi dan presisi yang baik. Metode uji memegang peranan penting dalam memperoleh hasil uji dengan akurasi dan presisi yang baik. Untuk memperoleh keabsahan data hasil uji dengan metode pengujian viskositas, beberapa parameter yang perlu mendapatkan perhatian adalah kalibrasi alat dan metode uji. Kalibrasi alat dilakukan di laboratorium kalibrasi viscometer. Sedangkan validasi metode uji dilakukan dengan menentukan presisi dan akurasi yang diperoleh dari pengukuran viskositas larutan standar (vicostandart).

Presisi atau kecermatan suatu metode adalah tingkat kedapat-ulangan suatu set hasil uji diantara hasil-hasil itu sendiri. Presisi berhubungan dengan hasil suatu metode bila pengukuran itu diulang-ulang pada sampel yang homogen pada kondisi terkontrol. Presisi suatu metode dapat diuji dengan pengulangan analisis, apabila variasi hasilnya kecil, maka dikatakan bahwa kecermatan pengukuran tersebut tinggi.

Presisi ditentukan dengan persamaan:

$$Presisi = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}}$$

Dengan:

Δ = selisih nilai hasil uji dengan nilai sebenarnya

n = jumlah data pengulangan

Akurasi (ketelitian/kecermatan) dalam analisa kimia adalah ukuran perbedaan atau kedekatan antara rata-rata hasil uji dengan nilai sebenarnya (*true value*). Harga akurasi ditentukan dari besarnya penyimpangan data hasil uji dengan harga sesungguhnya (*true value*). Akurasi suatu metode tidak dapat ditentukan bila harga sesungguhnya tidak diketahui. Salah satu cara untuk mengetahui akurasi yaitu dengan jalan menganalisis bahan pembanding bersertifikat (*Certified Reference Material*) dalam hal ini adalah *viscostandard* yang telah diketahui nilai viskositas yang tercantum dalam sertifikat. Akurasi dihitung dengan persamaan: (Miller, 1991)

$$Akurasi = \left(\frac{\bar{X}}{X_{TV}} \right) \times 100\%$$

Dengan:

\bar{X} = nilai rerata

X_{TV} = nilai sebenarnya (true value)

Jika pengukuran dilakukan beberapa kali pengulangan, hasil dari masing-masing pengukuran akan terdistribusi secara random di sekitar nilai rata-rata disebabkan kesalahan eksperimen. Jika hasil dari beberapa pengukuran dijumlahkan, masing-masing nilai akan terdistribusi dalam bentuk distribusi Gaussian. Standar deviasi dihitung dengan persamaan:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n-1}}$$

Saat ini laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga telah mengembangkan metode pengujian, yaitu metode uji MU01/VIS/2011. Sehingga dalam penelitian ini bertujuan melakukan validasi pengujian viskositas dengan menggunakan viscometer Brookfield. *Certified Reference Material* (CRM) dalam hal ini adalah *viscostandard* dengan nilai 1054 centiPoise (cP). Dalam pengukuran dilakukan di suhu viskostandar sebesar 25 °C. suhu ini diukur dengan menggunakan termometer kaca yang sudah terkalibrasi.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan yang diperlukan untuk validasi metode pengujian viskositas adalah larutan *viskostandard* Brookfield dengan nilai 1054 cP.

Alat

Pada percobaan ini digunakan seperangkat alat viscometer Brookfield dial reading seri LVT dengan 4 spindle, Thermometer batang yang sudah terkalibrasi, serta gelas breaker/griffin ukuran 600 ml.

Cara Kerja

1. Persiapan larutan *viscostandard*
 - a. Masukkan ke dalam gelas breaker 500 mL larutan *viscostandard* sehingga seluruh kepala spindel dapat tercelup.
 - b. Sewaktu memasukkan larutan *viscostandard* hindari terjadinya gelembung udara.
 - c. Tempatkan gelas breaker yang sudah berisi larutan *viscostandard* pada viscometer, kemudian atur posisi drive vertikal yang terletak pada batang penyangga sehingga kepala spindel dapat tercelup.
 - d. Celupkan termometer kedalam larutan *viscostandard* untuk pengukuran suhu.
2. Pengukuran nilai viskositas
 - a. Pastikan viskometer sudah terhubung dengan adaptor 12V yang terhubung ke sumber tegangan PLN.
 - b. Tekan saklar ke bawah sehingga pada posisi on (akan terlihat meter skala baca memutar searah jarum jam)
 - c. Aturlah speed, skala speed dari 0.3 sampai 60. Pilihlah speed yang sesuai sehingga meter skala memutar tidak terlalu cepat atau tidak terlalu lambat.
 - d. Tekan tuas kopling kearah bawah saat pointer dapat terlihat pada meter skala maka pointer akan berhenti, catat skala yang ditunjuk pointer dan lepaskan kembali tuas kopling.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil pengukuran yang dilakukan pada bulan April 2014, data hasil pengujian diambil sebanyak dua belas data. Hasil pengujian disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Pembacaan Analisis Presisi Viskositas Cat Emulsi Tembok Dengan Metode Uji MU01/VIS/2011

Analisa ke	Pembacaan 1 (X_1)	Pembacaan 2 (X_2)	Pembacaan 3 (X_3)	Rata-rata Pembacaan (\bar{X})	SD	Presisi (%)
1	1050	1070	1060	1060.0000	10.0000	0.0094
2	1060	1040	1050	1050.0000	10.0000	0.0095
3	1070	1060	1060	1063.3333	5.7735	0.0054
4	1060	1050	1060	1056.6667	5.7735	0.0055
5	1060	1060	1060	1060.0000	0.0000	0.0000
6	1060	1050	1050	1053.3333	5.7735	0.0055
7	1050	1050	1060	1053.3333	5.7735	0.0055
8	1050	1060	1060	1056.6667	5.7735	0.0055
9	1060	1060	1060	1060.0000	0.0000	0.0000
10	1060	1060	1050	1056.6667	5.7735	0.0055
11	1050	1050	1060	1053.3333	5.7735	0.0055
12	1060	1060	1060	1060.0000	0.0000	0.0000
			X	1056.9444		
			SD	3.8817		

Tabel 2. Pembacaan Analisis Akurasi Viskositas Cat Emulsi Tembok Dengan Metode Uji MU01/VIS/2011

Analisa ke	Pembacaan 1 (X ₁)	Pembacaan 2 (X ₂)	Pembacaan 3 (X ₃)	Rata-rata Pembacaan (\bar{X})	SD	Akurasi (%)
1	1050	1070	1060	1060.0000	10.0000	100.5693
2	1060	1040	1050	1050.0000	10.0000	99.6205
3	1070	1060	1060	1063.3333	5.7735	100.8855
4	1060	1050	1060	1056.6667	5.7735	100.2530
5	1060	1060	1060	1060.0000	0.0000	100.5693
6	1060	1050	1050	1053.3333	5.7735	99.9367
7	1050	1050	1060	1053.3333	5.7735	99.9367
8	1050	1060	1060	1056.6667	5.7735	100.2530
9	1060	1060	1060	1060.0000	0.0000	100.5693
10	1060	1060	1050	1056.6667	5.7735	100.2530
11	1050	1050	1060	1053.3333	5.7735	99.9367
12	1060	1060	1060	1060.0000	0.0000	100.5693
			X	1056.9444		
			SD	3.8817		

Mean (nilai rata-rata) = \bar{x}

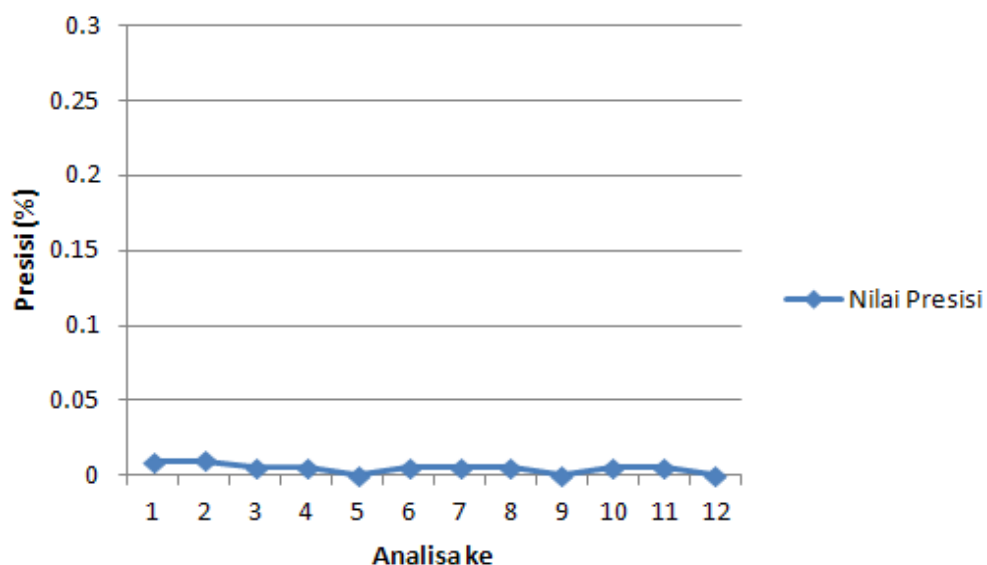
Upper control limit UCL = $\bar{x} + 3 \text{ SD}$ UCL = $\bar{x} + 3 \times 3,8817 = 1068.589446$

Upper warning limit UWL = $\bar{x} + 2 \text{ SD}$ UWL = $\bar{x} + 2 \times 3,8817 = 1064.707779$

Lower warning limit LWL = $\bar{x} - 2 \text{ SD}$ LWL = $\bar{x} - 2 \times 3,8817 = 1049.18111$

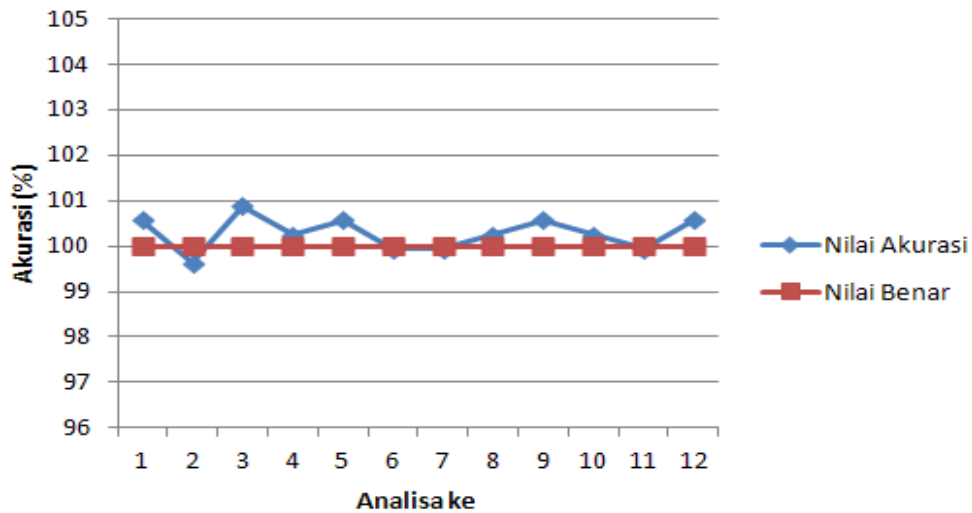
Lower control limit LCL = $\bar{x} - 3 \text{ SD}$ LCL = $\bar{x} - 3 \times 3,8817 = 1045.299443$

(n = 12) $\bar{x} = 1056.9444$ SD = 3.8817



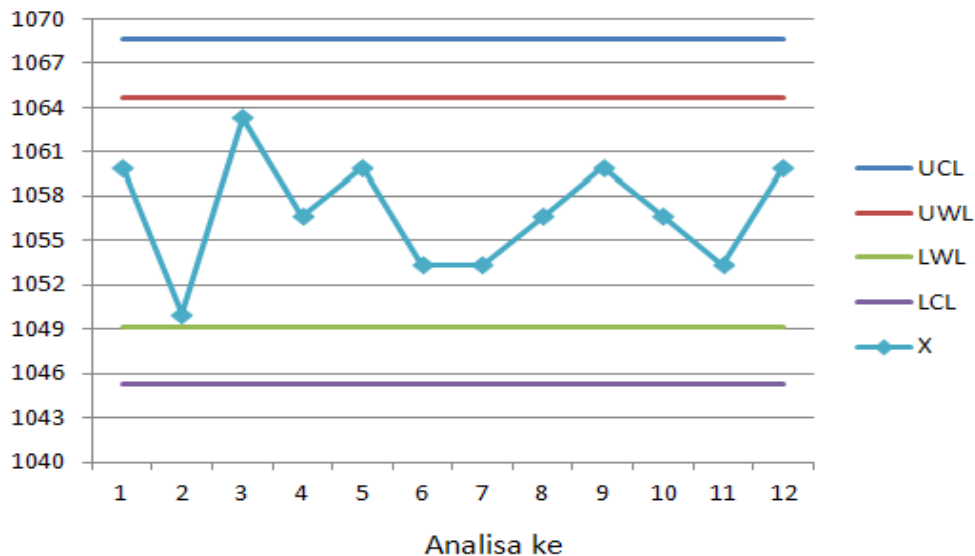
Grafik 1. Presisi Analisis Viskositas Cat Emulsi Tembok Dengan Metode Uji MU01/VIS/2011

Dilihat dari data pengujian viskositas cat emulsi tembok dengan metode uji MU01/VIS/2011 memperlihatkan bahwa presisi hasil analisa berada di bawah 0,05 %, sehingga data uji tersebut dapat diterima dan metode uji masih layak serta handal.



Grafik 2. Akurasi Analisis Viskositas Cat Emulsi Tembok Dengan Metode Uji MU01/VIS/2011

Dilihat dari data pengujian viskositas cat emulsi tembok dengan metode uji MU01/VIS/2011 memperlihatkan bahwa akurasi hasil analisa berada di antara 99%-100%, sehingga data uji tersebut dapat diterima dan metode uji masih layak serta handal.



Grafik 3. Analisis Viskositas Cat Emulsi Tembok Dengan Metode Uji MU01/VIS/2011

Dilihat dari data pengujian viskositas cat emulsi tembok dengan metode uji MU01/VIS/2011 masih berada di daerah aman yaitu berada di antara batas kendali atas (UWL) dan batas kendali bawah (LWL), sehingga data uji tersebut dapat diterima dan metode uji masih layak serta handal.

Ketidakpastian Pengujian

Nilai Ketidakpastian berasal dari :

1. Viscostandart yang dipakai : 1% dari 1054 cP = 10,54 cP
2. Pembacaan 12 kali : 1053,7 cP dengan simpangan baku 3,4906 cP
3. Viskometer LVT : 972 cP dengan simpangan baku 10,1 cP
4. Termometer : suhu 24°C terukur 24,25°C, simpangan baku 0,62 °C

Perhitungan estimasi ketidakpastian dari Thermometer:

Kuantitas	Ketidakpastian (sertifikat kalibrasi)	μ (std Uncert)	Tipe evaluasi μ
presisi	0,62	$(0,62/2)/24,25 = 1,28\%$	B

Perhitungan estimasi ketidakpastian dari Viscostandar:

Kuantitas	Ketidakpastian (sertifikat kalibrasi)	μ (std Uncert)	Tipe evaluasi μ
presisi	10,54	$(10,54/2)/1054 = 0,005\%$	B

Perhitungan estimasi ketidakpastian dari viscometer:

Kuantitas	Ketidakpastian (sertifikat kalibrasi)	μ (std Uncert)	Tipe evaluasi μ
presisi	10,1	$(10,1/2)/972 = 0,52\%$	B

Perhitungan estimasi ketidakpastian dari pembacaan:

Kuantitas	Ketidakpastian (sertifikat kalibrasi)	μ (std Uncert)	Tipe evaluasi μ
presisi	3.8817	$(3,8817/\sqrt{12})/1056,9 = 1,06 \cdot 10^{-2} \%$	A

Ketidakpastian baku kombinasi adalah sebagai berikut :

$$\mu C = \sqrt{1,28^2 + 0,005^2 + 0,52^2 + (1,06 \cdot 10^{-2})^2}$$

$$\mu C = 1,381 \%$$

Menghitung *Expanded Uncertainty (U)*

Pada tingkat kepercayaan 95%, factor cakupan = 2

$$U = 2 \times \mu C = 2 \times 1,381 \% = 2,76 \%$$

$$= 2,76 \% \text{ (dari rata-rata viscostandard)}$$

$$= 2,76 \% \times 1056,9 \text{ cP}$$

$$= 29,17 \text{ cP}$$

Pelaporan Ketidakpastian Pengukuran

Nilai Viskositas adalah $1056,9 \pm 29,17 \text{ cP}$

Dengan faktor pencakupan = 2 (pada tingkat kepercayaan 95%)

KESIMPULAN

Berdasarkan perolehan harga presisi dan akurasi pada validasi alat uji dapat disimpulkan bahwa metode uji MU01/VIS/2011 layak digunakan sebagai metode uji. Validasi metode pengujian viscometer di atas, masih memenuhi persyaratan dengan harga presisi, dan akurasi yang tinggi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih dan penghargaan disampaikan kepada rekan-rekan PLP di Laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga serta berbagai pihak yang telah memungkinkan penelitian ini berlangsung.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim; Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, SNI 19-17025-2008, Badan Standardisasi Nasional, Jakarta. 2008
- Anonim; Jaminan Mutu Hasil Pengujian Viskositas Cat Emulsi Tembok. R.5.9.1/VIS/2011. Laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga. 2011
- Anonim; Metode Uji Viskositas Cat Tembok Emulsi Dengan Dial Reading Viskometer Brookfield LVT MU01/VIS/2011. Laboratorium Terpadu UIN Sunan Kalijaga. 2011
- Miller, J,C" aDd Miller, J,N" Statistik Untuk Kimia Analitik, Edisi kedua, Penerbit ITB Bandung (1991)
- Purwanto, dkk; Validasi Pengujian Cr, Cu Dan Pb Dengan Metode Spektrometri Serapan Atom, Prosiding PPI - PDIPTN 2007. BATAN. 2007

